

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-323221

(43)Date of publication of application : 26.11.1999

51)Int.Cl.

C09D 11/00  
B41J 2/01  
B41J 2/175  
B41M 5/00  
// C07D213/20

(21)Application number : 10-128961

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 12.05.1998

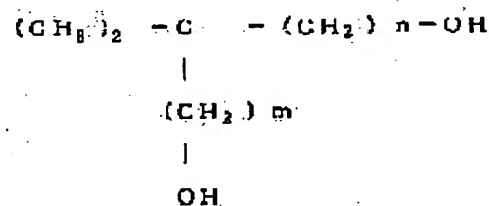
(72)Inventor : KATSURAGI TAKASHI

## 54) AQUEOUS INK CONTAINING BLACK PIGMENT, INK-JET RECORDING USING THE SAME AND APPARATUS FOR INK-JET RECORDING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an aqueous ink containing a black pigment, excellent in issuing stability after the interruption of a printing operation when used for an ink-jet recording, by compounding a specific compound, water and a coloring material comprising a specified self-dispersion type carbon black.

SOLUTION: This aqueous ink containing a black pigment is obtained by compounding (A) 0.1-15 wt.% of a coloring material comprising a self-dispersion type carbon black to whose surface one or more hydrophilic groups are bonded directly or through one or more other atomic groups, (B) 1-30 wt.% of a compound of the formula [(n) is 1 or 2; (m) is 0-2] (for example, 3-methyl-1,3- butanediol) and (C) 50-95 wt.% of water. The hydrophilic groups in the component A preferably comprise -COOM [M is H, an alkali metal or (organic) ammonium], -SO3M, -SO2NH2, -PO3HM, -PO3M2, -NH+3, etc., and the other atomic groups in the component A preferably comprise a 1-12C alkyl, (substituent-containing) phenyl, (substituent-containing) naphthyl, etc.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

04.12.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

14.04.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-323221

(43) 公開日 平成11年(1999)11月26日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 9 D 11/00

C 0 9 D 11/00

B 4 1 J 2/01

B 4 1 M 5/00

E

2/175

C 0 7 D 213/20

B 4 1 M 5/00

B 4 1 J 3/04

1 0 1 Y

// C 0 7 D 213/20

1 0 2 Z

審査請求 未請求 請求項の数13 OL (全 11 頁)

(21) 出願番号

特願平10-128961

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(22) 出願日

平成10年(1998)5月12日

(72) 発明者 葛城 隆司

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 若林 忠 (外4名)

(54) 【発明の名称】 水性黒色顔料インク、これを用いたインクジェット記録方法及びインクジェット記録装置

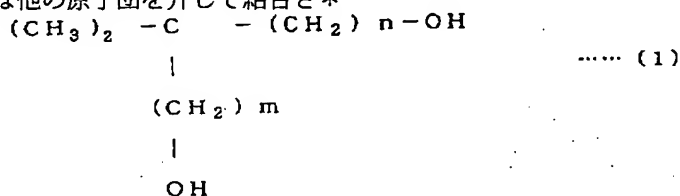
(57) 【要約】

【課題】 インクジェット記録用の、特に間欠吐出安定性に優れた、水性黒色顔料インクを提供すること。

【解決手段】 カーボンブラックの表面に少なくとも1種の親水性基が直接もしくは他の原子団を介して結合さ\*

\* れた自己分散型カーボンブラックからなる色材と、下記一般式(1)で表わされる化合物と水とを含有することを特徴とする水性黒色顔料インク。

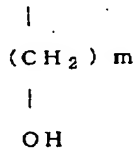
【化1】



(但し、式中nは1~2の整数、mは0~2の整数を表わす。)

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 カーボンブラックの表面に少なくとも 1 種の親水性基が直接もしくは他の原子団を介して結合された自己分散型カーボンブラックからなる色材と、下記\*



(但し、式中 n は 1~2 の整数、m は 0~2 の整数を表わす。)

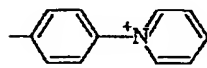
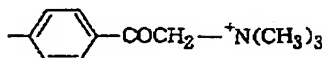
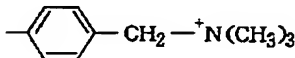
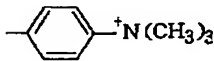
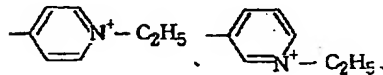
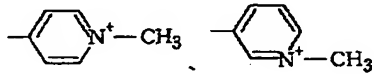
【請求項 2】 前記親水性基が下記親水性基から選択される少なくとも 1 種であり、前記他の原子団が炭素原子数 1~12 のアルキル基、置換基を有してもよいフェニル基または置換基を有してもよいナフチル基である、請求項 1 に記載の水性黒色顔料インク。

## 【化 2】

-COOM、-SO<sub>3</sub>M、-SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>、

-PO<sub>3</sub>HM、-PO<sub>3</sub>M<sub>2</sub>、-SO<sub>2</sub>NHCOR、

-NH<sub>3</sub><sup>+</sup>、-NR<sub>3</sub><sup>+</sup>、



(但し、式中 M は水素原子、アルカリ金属、アンモニウムまたは有機アンモニウムを表わし、R は炭素原子数 1~12 のあるキル基、置換基を有してよいフェニル基または置換基を有してもよいナフチル基を表わす。)

【請求項 3】 一般式 (1) で表わされる化合物の含有量が、水性黒色顔料インク全量に対して 1~30 重量%である請求項 1 または 2 に記載の水性黒色顔料インク。

【請求項 4】 一般式 (1) で表わされる化合物が 3-メチル-1, 3-ブタンジオールである請求項 1~請求項 3 のいずれか 1 項に記載の水性黒色顔料インク。

\* 一般式 (1) で表わされる化合物と水とを含有することを特徴とする水性黒色顔料インク。

## 【化 1】

..... (1)

【請求項 5】 一般式 (1) で表わされる化合物が 2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオールである請求項 1~請求項 3 のいずれか 1 項に記載の水性黒色顔料インク。

【請求項 6】 インクにエネルギーを与えて、該インクをインク滴として飛翔させて記録材上に記録を行うインクジェット記録方法において、該インクが請求項 1~請求項 5 のいずれか 1 項に記載の水性黒色顔料インクであることを特徴とするインクジェット記録方法。

20 【請求項 7】 前記エネルギーが熱エネルギーである、請求項 6 に記載のインクジェット記録方法。

【請求項 8】 前記エネルギーが力学的エネルギーである、請求項 6 に記載のインクジェット記録方法。

【請求項 9】 少なくともインクを収容したインク収容部と、該インクをインク滴として吐出させるためのヘッド部を具備する記録ユニットにおいて、該インクが請求項 1~請求項 5 のいずれか 1 項に記載の水性黒色顔料インクであることを特徴とする記録ユニット。

30 【請求項 10】 インクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジにおいて、該インクが請求項 1~請求項 5 のいずれか 1 項に記載の水性黒色顔料インクであることを特徴とするインクカートリッジ。

【請求項 11】 少なくともインクを収容したインク収容部と、該インクを熱エネルギーの作用によりインク滴として吐出させるためのヘッド部を有する記録ユニットを具備するインクジェット記録装置において、該インクが請求項 1~請求項 5 のいずれか 1 項に記載の水性黒色顔料インクであることを特徴とするインクジェット記録装置。

40 【請求項 12】 少なくともインクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジと、該インクを熱エネルギーの作用によりインク滴として吐出させるための記録ヘッドとを具備するインクジェット記録装置において、上記インクが請求項 1~請求項 5 のいずれか 1 項に記載の水性黒色顔料インクであることを特徴とするインクジェット記録装置。

【請求項 13】 インクカートリッジに収容したインクを記録ヘッド部に対して供給するインク供給部を有する請求項 12 に記載のインクジェット記録装置。

50 【発明の詳細な説明】

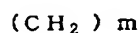
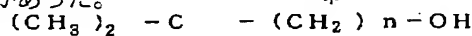
## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、水性黒色顔料インク、インクジェット記録方法及びインクジェット記録装置に関し、更に詳しくはインクジェット記録に適したカーボンブラックを色材として用いた水性黒色顔料インク、該インクを用いたインクジェット記録方法及びインクジェット記録装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、印刷インキの黒色着色剤として堅牢性等に優れたカーボンブラックが広く用いられているが、カーボンブラックを水性インクの色材として用いるためには、水性媒体中にカーボンブラックを安定して分散させることが要求される。一般にカーボンブラックは分散性がよくないため、均一分散系を得るために、分散剤を添加してカーボンブラックを水性媒体中に分散させる方法がとられている。

【0003】一方、一般にインクをインクジェット記録用に用いる場合には、インクジェット記録ヘッドの微細な孔（ノズル）から安定な液滴となって吐出されることが要求される。同時にインクジェット記録ヘッドのノズル部でインクが蒸発することによってインクが固化しないことが必要となる。しかしながら、上記した分散剤が含有されたインクをインクジェット記録に用いた場合には、分散剤を形成する樹脂がオリフィス等に付着した後、再溶解されにくいために、目詰まりや液滴の不吐出等が生じる場合がある。また、分散剤を含む水性顔料インクは粘稠なため、長時間にわたる連続吐出及び高速印字を行う際に、吐出が不安定になったり、スムーズな記録が困難になるという問題があった。



（但し、式中nは1～2の整数、mは0～2の整数を表す。）

本発明のインクジェット記録方法は、インクにエネルギーを与えて、該インクをインク滴として飛翔させて記録材上に記録を行うインクジェット記録方法において、該インクが上記本発明の水性黒色顔料インクであることを特徴とする。

【0008】本発明のインクジェット記録装置は、少なくともインクを収容したインク収容部と、該インクを熱エネルギーの作用によりインク滴として吐出させるためのヘッド部を有する記録ユニットを具備するインクジェット記録装置において、該インクが上記本発明の水性黒色顔料インクであるか；または、少なくともインクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジと、該インクを熱エネルギーの作用によりインク滴として吐出

\*【0004】そこで、これらの問題を解決するために特開平5-186704号公報や特開平8-3498号公報には、カーボンの表面に水溶性基を導入することによって、分散剤を使用することなく安定に分散させることができる自己分散型カーボンブラックが揮発されている。しかしながら、インクジェット記録用インクとして分散剤を使用しない自己分散型カーボンブラックを用いた水性顔料インクを使用した場合にも空白のある文書や画像の印字中に空白に対応するノズルに印字の休止ができた場合には、再開時の最初の吐出が乱れたり、不吐出になってしまうという問題がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明の目的は、上記したような従来の問題を解決し、特にインクジェット記録に用いた場合に印字休止後の吐出安定性（以後、間欠吐出安定性と呼ぶ場合がある）に優れた水性黒色顔料インク、かかる水性黒色顔料を用いたインクジェット記録方法及びインクジェット記録装置を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の水性黒色顔料インクは、カーボンブラックの表面に少なくとも1種の親水性基が直接もしくは他の原子団を介して結合された自己分散型カーボンブラックからなる色材と、下記一般式（1）で表わされる化合物と水とを含有することを特徴とする。

## 【0007】

## 【化3】

させるための記録ヘッドとを具備するインクジェット記録装置において、該インクが上記本発明の水性黒色顔料インクであることを特徴とする。

【0009】本発明によれば、インクジェット記録に用いた場合に特に間欠吐出安定性に優れた水性黒色顔料インクが提供される。

## 【0010】

【発明の実施の形態】次に、好ましい実施の形態を挙げて、本発明をより詳細に説明する。

【0011】まず、色材としては、その表面に少なくとも1種の親水性基が直接もしくは他の原子団を介して結合された自己分散型カーボンブラックを用いる。この結果、従来のインクのようにカーボンブラックを分散させるための分散剤が不要となる。本発明で使用する自己分散型カーボンブラックとしては、 $-\text{SO}_2\text{NH}_2$ 、 $-\text{S}$

O<sub>2</sub> NHCOR (Rは炭素数1~12のアルキル基、置換基を有してもよいフェニル基または置換基を有してもよいナフチル基を表わす。)等の置換基をその表面に結合させた非イオン性の自己分散型カーボンブラックでもよいが、特にイオン性を有するものが好ましく、アニオン性に帯電したものとカチオン性に帯電したものが好適である。

【0012】アニオン性に帯電したカーボンブラック表面に結合されている親水性基としては、例えば、-COOM, -SO<sub>3</sub>M, -PO<sub>3</sub>HM, -PO<sub>3</sub>M<sub>2</sub> (但し、式中のMは水素原子、アルカリ金属、アンモニウムまたは有機アンモニウムを表わす。)等が挙げられる。本発明においては、これらの中で、特に-COOM, -SO<sub>3</sub>Mがカーボンブラック表面に結合されたものを用いることが好ましい。

【0013】また、上記親水性基中の「M」は、アルカリ金属としては、例えば、リチウム、ナトリウム、カリウム等が挙げられ、有機アンモニウムとしては、モノ乃至トリメチルアンモニウム、モノ乃至トリエチルアンモニウム、モノ乃至トリメタノールアンモニウムが挙げられる。アニオン性に帯電したカーボンブラックを得る方法としては、カーボンブラック表面に-COONaを導入する方法がある。具体的には、カーボンブラックを次亜塩素酸ソーダで酸化処理する方法が挙げられる。勿論、本発明はこれらに限定されるわけではない。

【0014】カチオン性に帯電したカーボンブラック表面に結合されている親水性基としては、例えば、第4級アンモニウム基が好ましく、より好ましくは、下記に挙げる第4級アンモニウム基が挙げられ、本発明においては、これらのいずれかがカーボンブラック表面に結合されたものが色材として好ましく使用される。

【0015】

【化4】

10

20

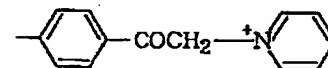
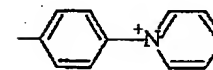
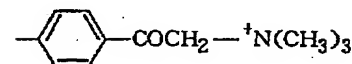
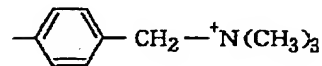
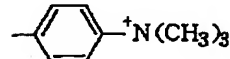
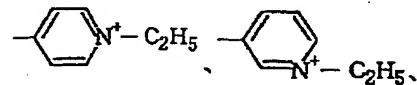
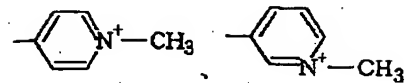
30

40

50

6

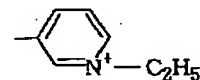
-NH<sub>3</sub><sup>+</sup>、-NR<sub>3</sub><sup>+</sup>、



上記したような親水基が結合されたカチオン性の自己分散型カーボンブラックを製造する方法としては、例えば、下記に示す構造のN-エチルエチルピリジル基を結合させる方法がある。具体的にはカーボンブラックを3-アミノ-N-エチルピリジウムブロマイドで処理する方法が挙げられる。勿論、本発明はこれに限定されない。

【0016】

【化5】



また、本発明においては、上記に挙げたような親水性基が、他の原子団を介してカーボンブラックの表面に結合されていてもよい。他の原子団としては、例えば、炭素原子数1~12のアルキル基、置換基を有してもよいフェニル基または置換基を有してもよいナフチル基が挙げられる。上記した親水性基が他の原子団を介してカーボンブラックの表面に結合する場合の具体例としては、例えば、-CH<sub>2</sub>COOM, -C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>COOM, -C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>COOM, -CH<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>M, -C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>3</sub>M, -C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>SO<sub>3</sub>M, -PhSO<sub>3</sub>M, -C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>NH<sub>3</sub><sup>+</sup>等が挙げられるが、勿論、本発明はこれらに限定されるわけではない。

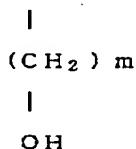
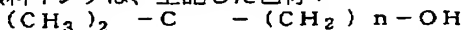
【0017】本発明の水性黒色顔料インクに用いる自己分散型カーボンブラックは、カーボンブラック表面の親水性基によってカチオン性もしくはアニオン性に帯電しており、そのイオンの反発によって水分散性を有し、また、その親水性基により親水性も向上している。そのため、長期間放置されても、顔料の粒径や粘度が増大した

りすることなく水性媒体中に安定して分散された水性顔料インクが得られる。

【0018】また、本発明において、上記した自己分散型カーボンブラックは、1種類に限定されるものではなく、2種以上を混合して使用して色調を調整してもよい。また、本発明の顔料インク中における自己分散型カーボンブラックの添加量としては、インク全重量に対して、好ましくは0.1～15重量%、より好ましくは1～10重量%の範囲である。更に、自己分散型カーボンブラックに加えて染料を使用してインクの色調を調整し

てもよい。

【0019】本発明の黒色顔料インクは、上記した色材\*



(但し、式中nは1～2の整数、mは0～2の整数を表す。)

本発明の水性黒色顔料インクに含有させる一般式(1)の化合物としては、具体的には、例えば、3-メチル-1, 3-ブタンジオール(慣用名イソブレングリコールまたはMBD)や、2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオール(慣用名ネオペンチルグリコール)を用いる。また、一般式(1)の化合物の含有量としては、水性黒色顔料インク全量に対して、好ましくは1～30重量%、より好ましくは1～15重量%の範囲とする。

【0022】本発明の水性黒色顔料インクに含有させる水としては、種々のイオンを含有する一般の水ではなく、脱イオン水を使用することが望ましい。また、水の含有量としては水性黒色顔料インク全量に対して、好ましくは50～95重量%の範囲である。

【0023】本発明の水性黒色顔料インクは上記したような自己分散型カーボンブラックと一般式(1)で表わされる化合物及び水を含有していればよいが、その他に、水溶性有機溶剤を含有してもよい。

【0024】水溶性有機溶剤としては、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、sec-ブチルアルコール、tert-ブチルアルコール、イソブチルアルコール、n-ペンタノール等の炭素数1～5のアルキルアルコール類；ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド等のアミド類；アセトン、ジアセトンアルコール等のケトンまたはケトアルコール類；テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類；ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等のオキシエチレンまたはオキシ

\*として用いる自己分散型カーボンブラックとともに一般式(1)の化合物が含有されていることを特徴とする。本発明者が、自己分散型カーボンブラックを含有した水性黒色顔料インクの間欠性吐出安定性を向上させるべく鋭意研究した結果、一般式(1)で表わされる化合物を使用すれば、間欠吐出安定性が格段に向上させることができることがわかった。

【0020】本発明の水性黒色顔料インクに用いられる一般式(1)の化合物は以下のとおりである。

【0021】

【化6】

..... (1)

プロピレン共重合体；エチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、トリエチレングリコール、1, 2, 6-ヘキサントリオール等のアルキレン基が2～6個の炭素原子を含むアルキレングリコール類；グリセリン；トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン；エチレングリコールモノメチル(またはエチル)エーテル、ジエチレングリコールモノメチル(またはエチル)エーテル、トリエチレングリコールモノメチル(またはエチル)エーテル等の低級アルキルエーテル類；トリエチレングリコールジメチル(またはエチル)エーテル、テトラエチレングリコールジメチル(またはエチル)エーテル等の多価アルコールの低級ジアルキルエーテル類；モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等のアルカノールアミン類；スルホラン、N-メチル-2-ピロリドン、2-ピロリドン、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジン等が挙げられる。

【0025】本発明で使用されるインク中に含有される上記したような水溶性有機溶剤の含有量は、好ましくは全重量の1～49重量%、より好ましくは2～30重量%の範囲とする。また、上記の如き水溶性有機溶剤は、単独でも混合物としても使用することができる。なお、本発明で使用されるインク中の水の量としては、50～98重量%、好ましくは60～90重量%程度とする。

【0026】また、本発明で使用されるインクは上記の成分の他に必要に応じて、粘度調整剤、防腐剤、酸化防止剤、pH調整剤、消泡剤、アセチアレングリコールのエチレンオキサイド付加物等のノニオン性界面活性剤等の添加剤を適宜配合しても構わない。

【0027】また、本発明において使用するインクの物性として好適な範囲は、25℃付近で、pHが好ましくは3～12、より好ましくは4～10、表面張力が好ま

しくは10～60 dyn/cm、より好ましくは20～50 dyn/cm、粘度が好ましくは1～30 cps、より好ましくは1～10 cpsの範囲である。

【0028】本発明の水性黒色顔料インクは、インクジェット記録で用いられる際に、特に効果的である。インクジェット記録方法としては、インクに力学的エネルギーを作用させて液滴を吐出する記録方法、及びインクに熱エネルギーを加えてインクの発泡により液滴を吐出するインクジェット記録方法があり、それらのインクジェット記録方法に本発明の水性黒色顔料インクは特に好適である。

【0029】次に上記した本発明の水性黒色顔料インクを用いて記録を行うに好適な、本発明のインクジェット記録装置の一例を以下に説明する。

【0030】先ず、熱エネルギーを利用したインクジェット記録装置の主要部であるヘッド構成の一例を図1及び図2に示す。

【0031】図1は、インク流路に沿ったヘッド13の断面図であり、図2は図1のA-B線での切断面図である。ヘッド13はインクを通す流路（ノズル）14を有するガラス、セラミック、シリコンまたはプラスチック板等と発熱素子基板15とを接着して得られる。発熱素子基板15は酸化シリコン、窒化シリコン、炭化シリコン等で形成される保護層16、アルミニウム、金、アルミニウム-銅合金等で形成される電極17-1及び17-2、HfB<sub>2</sub>、Ta<sub>2</sub>N<sub>5</sub>、TaAl等の高融点材料から形成される発熱抵抗体層18、熱酸化シリコン、酸化アルミニウム等で形成される蓄熱層19、シリコン、アルミニウム、窒化アルミニウム等の放熱性のよい材料で形成される基板20よりなっている。

【0032】上記ヘッド13の電極17-1及び17-2にパルス状の電気信号が印加されると、発熱素子基板15のnで示される領域が急速に発熱し、この表面に接しているインク21に気泡が発生し、その圧力でメニスカス23が突出し、インク21がヘッドのノズル14を通して吐出し、吐出オリフィス22よりインク小滴24となり、被記録材25に向かって飛翔する。

【0033】図3には、図1に示したヘッドを多数並べたマルチヘッドの一例の外観図を示す。このマルチヘッドは、マルチノズル26を有するガラス板27と、図1に説明したものと同一ような発熱ヘッド28を接着して作られている。

【0034】図4に、このヘッドを組み込んだインクジェット記録装置の一例を示す。

【0035】図4において、61はワイピング部材としてのブレードであり、その一端はブレード保持部材によって保持固定されており、カンチレバーの形態をなす。ブレード61は記録ヘッド65による記録領域に隣接した位置に配置され、また、本例の場合、記録ヘッド65の移動経路中に突出した形態で保持される。

【0036】62は記録ヘッド65の突出口面のキャップであり、ブレード61に隣接するホームポジションに配置され、記録ヘッド65の移動方向と垂直な方向に移動して、インク吐出口面と当接し、キャッピングを行う構成を備える。更に、63はブレード61に隣接して設けられるインク吸収体であり、ブレード61と同様、記録ヘッド65の移動経路中に突出した形態で保持される。上記ブレード61、キャップ62及びインク吸収体63によって吐出回復部64が構成され、ブレード61及びインク吸収体63によって吐出口面に水分、塵埃等の除去が行われる。

【0037】65は、吐出エネルギー発生手段を有し、吐出口を配した吐出口面に対向する被記録材にインクを吐出して記録を行う記録ヘッド、66は記録ヘッド65を搭載して記録ヘッド65の移動を行うためのキャリッジである。キャリッジ66はガイド軸67と摺動可能に係合し、キャリッジ66の一部はモーター68によって駆動されるベルト69と接続（不図示）している。これによりキャリッジ66はガイド軸67に沿った移動が可能となり、記録ヘッド65による記録領域及びその隣接した領域の移動が可能となる。

【0038】51は被記録材を挿入するための給紙部、52は不図示のモーターにより駆動される紙送りローラーである。これらの構成により記録ヘッドの65吐出口面と対向する位置へ被記録材が給紙され、記録が進行につれて排紙ローラー53を配した排紙部へ排紙される。以上の構成において記録ヘッド65が記録終了してホームポジションへ戻る際、吐出回復部64のキャップ62は記録ヘッド65の移動経路から退避しているが、ブレード61は移動経路中に突出している。その結果、記録ヘッド65の吐出口がワイピングされる。

【0039】なお、キャップ62が記録ヘッド65の吐出面に当接してキャッピングを行う場合、キャップ62は記録ヘッドの移動経路中に突出するように移動する。記録ヘッド65がホームポジションから記録開始位置へ移動する場合、キャップ62及びブレード61は上記したワイピングのときの位置と同一の位置にある。この結果、この移動においても記録ヘッド65の吐出口面はワイピングされる。

【0040】上述の記録ヘッドのホームポジションへの移動は、記録終了時や吐出回復時ばかりでなく、記録ヘッドが記録のために記録領域を移動する間に所定の間隔で記録領域に隣接したホームポジションへ移動し、この移動に伴って上記ワイピングが行われる。

【0041】図5は、記録ヘッドにインク供給部材、例えば、チューブを介して供給されるインクを収容したインクカートリッジの一例を示す図である。ここで40は供給用インクを収納したインク収容部、例えば、インク袋であり、その先端にはゴム製の栓42が設けられている。この栓42に針（不図示）を挿入することにより、

インク袋40中のインクをヘッドに供給可能にする。44は廃インクを受容するインク吸収体である。

【0042】インク収容部としてはインクとの接液面がポリオレフィン、特にポリエチレンで形成されているものが好ましい。

【0043】本発明で使用するインクジェット記録装置としては、上述のようにヘッドとインクカートリッジとが別体となったものに限らず、図6に示すようなそれらが一体になったものにも好適に用いられる。図6において、70は記録ユニットであり、この中にはインクを収容したインク収容部、例えば、インク吸収体が収納されており、かかるインク吸収体中のインクが複数オリフィスを有するヘッド部71からインク滴として吐出される構成になっている。インク吸収体の材料としてポリウレタンを用いることが本発明にとって好ましい。

【0044】また、インク吸収体を用いず、インク収容部が内部にバネ等を仕込んだインク袋であるような構造でもよい。

【0045】72はカートリッジ内部を大気に連通させるための大気連通口である。この記録ユニット70は図4に示す記録ヘッド65に換えて用いられるものであって、キャリッジ66に対して着脱自在になっている。

【0046】次に、力学的エネルギーを利用したインクジェット記録装置の好ましい一例としては、複数のノズルを有するノズル形成基板と、ノズルに対向して配置される圧電材料と導電材料からなる圧力発生素子と、この圧力発生素子の周囲を満たすインクを備え、印加電圧により圧力発生素子を変位させ、インクの小液滴をノズルから吐出させるオンデマンドインクジェット記録ヘッドを挙げることができる。その記録装置の主要部である記録ヘッドの構成の一例を図7に示す。

【0047】ヘッドは、インク室(不図示)に連通したインク流路80と、所望の体積のインク滴を吐出するためのオリフィスプレート81と、インクに直接圧力を作用させる振動板82と、この振動板82に接合され、電気信号により変位する圧電素子83と、オリフィスプレート81、振動板82等を指示固定するための基板84とから構成されている。

【0048】図7において、インク流路80は、感光性樹脂等で形成され、オリフィスプレート81は、ステン

- ・顔料分散液1
- ・3-メチル1, 3-ブタンジオール
- ・水

#### 実施例2～6

下記に示す各成分を混合し、充分攪拌して溶解させた後、ポアサイズ3.0μmのマイクロフィルター(富士写※

#### 実施例2のインク組成

- ・顔料分散液1
- ・2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオール
- ・水

\*レス、ニッケル等の金属を電鍍やプレス加工による穴あけ等により吐出口85が形成され、振動板82はステンレス、ニッケル、チタン等の金属フィルム及び高弾性樹脂フィルム等で形成され、圧電素子83は、チタン酸バリウム、PZT等の誘電体材料で形成される。

【0049】以上のような構成の記録ヘッドは、圧電素子83にパルス状の電圧を与え、歪み応力を発生させ、そのエネルギーが圧電素子83に接合された振動板を変形させ、インク流路80内のインクを垂直に加圧しインク滴(不図示)をオリフィスプレート81の吐出口85より吐出して記録を行うように動作する。

【0050】このような記録ヘッドは、図4に示したものと同様なインクジェット記録装置に組み込んで使用される。インクジェット記録装置の細部の動作は、先述と同様に行うもので差し支えない。

#### 【0051】

【実施例】次に、実施例及び比較例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明は下記実施例により限定されるものではない。なお、文中「部」及び「%」とあるのは、特に断りのない限り重量基準である。

#### 【0052】実施例1

(顔料分散液1の作製)市販の酸性カーボンブラック「MA-77」(pH3、三菱化学(株)製)300gを水1,000mlによく混合した後、これに次亜塩素酸ソーダ(有効塩素濃度12%)450gを滴下して、100～105℃で10時間攪拌した。得られたスラリーを東洋濾紙No.2(アドバンティス社製)で濾過して、顔料粒子を充分に水洗した。この顔料ウェットケーキを水3,000mlに再分散して、電導度0.2μsまで逆浸透膜で脱塩した。更に、この顔料分散液(pH=8～10)を顔料濃度10重量%に濃縮した。以上の方法により、カーボンブラックの表面に-COONa基が結合された、アニオン性の自己分散型カーボンブラックが分散された顔料分散液1を得た。

#### 【0053】実施例1のインク作成

以下の成分を混合し、充分攪拌して溶解させた後、ポアサイズ3.0μmのマイクロフィルター(富士写真フィルム(株)製)にて加圧濾過して実施例1のインクを調整した。

#### 【0054】

- 30部
- 10部
- 60部

※真フィルム(株)製)にて加圧濾過して実施例2～5のインクを夫々調整した。

#### 【0055】

- 30部
- 10部
- 60部



実施例 3 のインク組成

・顔料分散液 1	30部
・3-メチル-1, 3-ブタンジオール	10部
・チオジグリコール	5部
・イソプロピルアルコール	3部
・水	52部

実施例 4 のインク組成

・顔料分散液 1	30部
・3-メチル-1, 3-ブタンジオール	7部
・グリセリン	7部
・アセチレングリコールエチレンオキシド付加物 (商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製)	0.15部
・水	55.85部

実施例 5 のインク組成

・顔料分散液 1	30部
・2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオール	5部
・ジエチレングリコール	5部
・グリセリン	5部
・アセチレングリコールエチレンオキシド付加物 (商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製)	0.15部
・水	54.85部

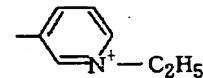
実施例 6

(顔料分散液 2 の作製) 表面積が  $230\text{m}^2/\text{g}$  で DBP 吸油量が  $70\text{m}^2/\text{g}$  のカーボンブラック 10g と、3-アミノ-N-エチルピリジニウムブロマイド 3.06g とを水 72g によく混合した後、これに硝酸 1.62g を滴下して  $70^\circ\text{C}$  で攪拌した。数分後、5g の水に 1.07g の亜硝酸ナトリウムを溶かした溶液を加え、更に 1 時間攪拌した。得られたスラリーを東洋濾紙 No. 2 (アドバンティス社製) で濾過して、顔料粒子を十分に水洗した。この顔料ウェットケーキを、水 3, 000ml に再分散して、電導度  $0.2\mu\text{s}$  まで逆浸透膜で脱塩した。更に、この顔料分散液を顔料濃度 10 重量% に濃縮した。以上の方法により、カーボンブラックの\*

\* 表面に下記の親水性基が結合されたカチオン性の自己分散型カーボンブラックが分散された顔料分散液 2 を得た。

【0056】

【化 7】

実施例 6 のインク作成

以下の成分を混合し、充分攪拌して溶解させた後、ポアサイズ  $3.0\mu\text{m}$  のマイクロフィルター (富士写真フィルム (株) 製) にて加圧濾過してインク 6 を調整した。

【0057】

・顔料分散液 2	30部
・3-メチル 1, 3-ブタンジオール	10部
・水	60部

実施例 7 ~ 10

下記に示す各成分を混合し、充分攪拌して溶解させた

※ 真フィルム (株) 製) にて加圧濾過して実施例 7 ~ 10 のインクを夫々調整した。

後、ポアサイズ  $3.0\mu\text{m}$  のマイクロフィルター (富士写※40

【0058】

実施例 7 のインク組成

・顔料分散液 2	30部
・2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオール	10部
・水	60部

実施例 8 のインク組成

・顔料分散液 2	30部
・3-メチル-1, 3-ブタンジオール	10部
・ジエチレングリコール	5部
・イソプロピルアルコール	3部
・水	52部

実施例 9 のインク組成

・顔料分散液 2	3 0 部
・ 3 - メチル - 1 , 3 - ブタンジオール	7 部
・グリセリン	7 部
・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 (商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製)	0 . 1 5 部
・水	5 5 . 8 5 部

実施例 1 0 のインク組成

・顔料分散液 2	3 0 部
・ 2 , 2 - ジメチル - 1 , 3 - プロパンジオール	5 部
・ジエチレングリコール	5 部
・グリセリン	5 部
・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 (商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製)	0 . 1 5 部
・水	5 4 . 8 5 部

比較例 1 ~ 8

\* 真フィルム (株) 製) にて加圧濾過して比較例 1 ~ 1 0  
のインクを夫々調整した。

下記に示す各成分を混合し、充分攪拌して溶解させた  
後、ポアサイズ 3 . 0  $\mu$  m のマイクロフィルター (富士写\*

【0 0 5 9】

比較例 1 のインク組成

・顔料分散液 1	3 0 部
・水	7 0 部

比較例 2 のインク組成

・顔料分散液 1	3 0 部
・チオジグリコール	5 部
・イソプロピルアルコール	3 部
・水	6 2 部

比較例 3 のインク組成

・顔料分散液 1	3 0 部
・グリセリン	7 部
・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 (商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製)	0 . 1 5 部
・水	6 2 . 8 5 部

比較例 4 のインク組成

・顔料分散液 1	3 0 部
・ジエチレングリコール	5 部
・グリセリン	5 部
・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 (商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製)	0 . 1 5 部
・水	5 9 . 8 5 部

比較例 5 のインク組成

・顔料分散液 2	3 0 部
・水	7 . 0 部

比較例 6 のインク組成

・顔料分散液 2	3 0 部
・ジエチレングリコール	5 部
・イソプロピルアルコール	3 部
・水	6 2 部

比較例 7 のインク組成

・顔料分散液 2	3 0 部
・グリセリン	7 部

17

・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物

(商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製) 0. 1 5 部

・水

6 2. 8 5 部

比較例 8 のインク組成

・顔料分散液 2

3 0 部

・ジエチレングリコール

5 部

・グリセリン

5 部

・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物

(商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製) 0. 1 5 部

・水

5 9. 8 5 部

【評価】上記の実施例 1 ~ 1 0 及び比較例 1 ~ 8 のインクを用いて、記録信号に応じた熱エネルギーをインクに付与することによりインクを吐出させるオンデマンド型マルチ記録ヘッドを有するインクジェット記録装置 B J C - 4 2 0 0 (キヤノン (株) 製) を用いて下記の評価を行った。その結果を表 1 に示す。

・間欠吐出の安定性

① 1 0 秒間連続吐出 → ② 一定時間休止 → ③ 連続吐出  
上記の間欠動作を行った場合、③の最初の吐出で吐出方向の乱れが発生するか否かは②の休止時間で決まるので、この時間を段階的に変えることにより間欠吐出の安定性を測定し、以下の基準で評価した。なお、評価は環境温度 5℃、湿度 1 0 % で行った。

【0 0 6 0】◎: 3 1 秒以上休止しても安定に吐出した。

【0 0 6 1】○: 2 1 ~ 3 0 秒休止しても安定に吐出した。

【0 0 6 2】×: 2 0 秒以下の休止時間でしか安定に吐出しなかった。

【0 0 6 3】

【表 1】

表 1: 評価結果

	間欠吐出の安定性
実施例 1	○
実施例 2	○
実施例 3	○
実施例 4	◎
実施例 5	◎
実施例 6	○
実施例 7	○
実施例 8	○
実施例 9	◎
実施例 10	◎
比較例 1	×
比較例 2	×
比較例 3	×
比較例 4	×
比較例 5	×
比較例 6	×
比較例 7	×
比較例 8	×

【0 0 6 4】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、印字休止後の吐出安定性に優れた水性黒色顔料インク、

18

係る水性黒色顔料インクを用いたインクジェット記録方法及びインクジェット記録装置が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図 1】インクジェット記録装置のヘッドの一例を示すインク流路に沿った縦断面図である。

【図 2】図 1 に示したヘッドの A - B 線での切断断面図である。

【図 3】図 1 示したヘッドをマルチ化したヘッドの外観斜視図である。

【図 4】インクジェット記録装置の一例を示す概略斜視図である。

【図 5】インクカートリッジの一例を示す縦断面図である。

【図 6】記録ユニットの一例を示す概略斜視図である。

【図 7】力学的エネルギーを利用したインクジェット記録ヘッドの構成の一例を示す概略断面図である。

【符号の説明】

- 1 3 ヘッド
- 1 4 インク溝
- 1 5 発熱ヘッド
- 1 6 保護膜
- 1 7 - 1, 1 7 - 2 電極
- 1 8 発熱抵抗体層
- 1 9 蓄熱層
- 2 0 基板
- 2 1 インク
- 2 2 吐出オリフィス (微細孔)
- 2 3 メニスカス
- 2 4 インク小滴
- 2 5 被記録材
- 2 6 マルチ溝
- 2 7 ガラス板
- 2 8 発熱ヘッド
- 4 0 インク袋
- 4 2 栓
- 4 4 インク吸収体
- 4 5 インクカートリッジ
- 5 1 給紙部
- 5 2 紙送りローラー
- 5 3 排紙ローラー

20

30

40

50

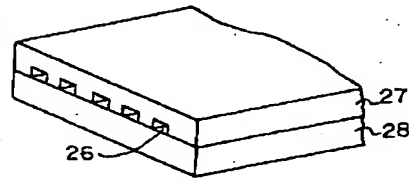
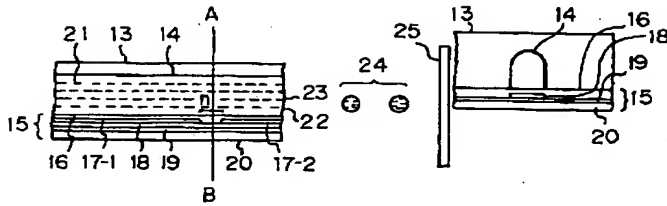
- 6 1 ブレード
- 6 2 キャップ
- 6 3 インク吸収体
- 6 4 吐出回復部
- 6 5 記録ヘッド
- 6 6 キャリッジ
- 6 7 ガイド軸
- 6 8 モーター
- 6 9 ベルト

- \* 7 0 記録ユニット
- 7 1 ヘッド部
- 7 2 大気連通口
- 8 0 インク流路
- 8 1 オリフィスプレート
- 8 2 振動板
- 8 3 圧電素子
- 8 4 基板
- \* 8 5 吐出口

【図 1】

【図 2】

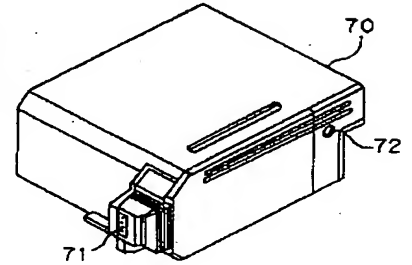
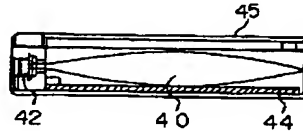
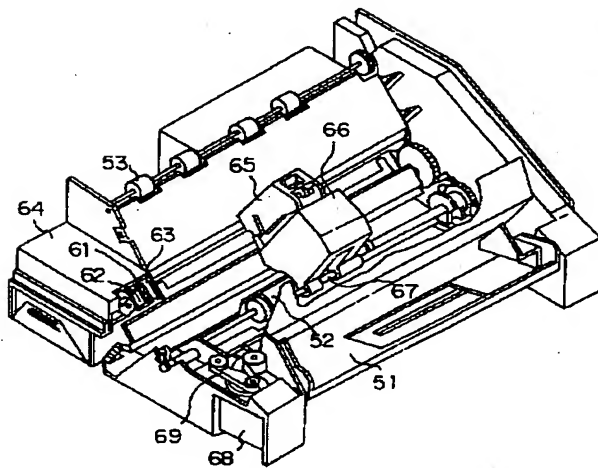
【図 3】



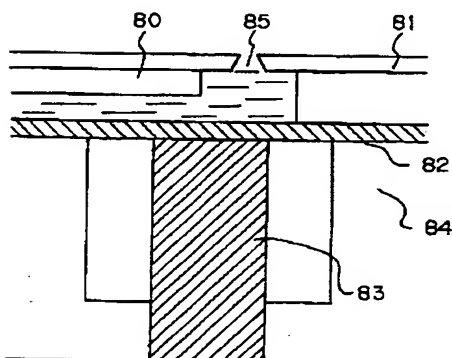
【図 4】

【図 5】

【図 6】



【図 7】



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成14年3月27日(2002. 3. 27)

【公開番号】特開平11-323221

【公開日】平成11年11月26日(1999. 11. 26)

【年通号数】公開特許公報11-3233

【出願番号】特願平10-128961

【国際特許分類第7版】

C09D 11/00

B41J 2/01

2/175

B41M 5/00

// C07D 213/20

【F I】

C09D 11/00

B41M 5/00 E

C07D 213/20

B41J 3/04 101 Y

102 Z

【手続補正書】

【提出日】平成13年12月4日(2001. 12.

4)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】発明の名称

【補正方法】変更

【補正内容】

【発明の名称】 水性黒色顔料インク、これを用いたインクジェット記録方法、記録ユニット、インクカートリッジ及びインクジェット記録装置

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 カーボンブラックの表面に少なくとも1種の親水性基が直接もしくは他の原子団を介して結合された自己分散型カーボンブラックからなる色材と、3-メチル-1, 3-ブタンジオールと水とを含有することを特徴とする水性黒色顔料インク。

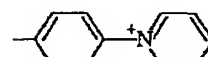
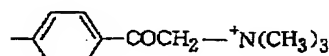
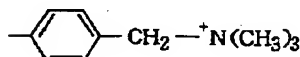
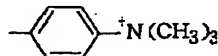
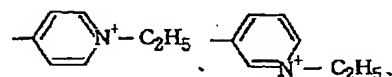
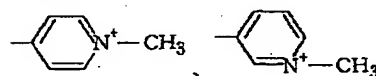
【請求項2】 前記親水性基が下記親水性基から選択される少なくとも1種であり、前記他の原子団が炭素原子数1~12のアルキル基、置換基を有してもよいフェニル基または置換基を有してもよいナフチル基である、請求項1に記載の水性黒色顔料インク。

【化2】

-COOM、-SO<sub>3</sub>M、-SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>、

-PO<sub>3</sub>HM、-PO<sub>3</sub>M<sub>2</sub>、-SO<sub>2</sub>NHCOR、

-NH<sub>3</sub><sup>+</sup>、-NR<sub>3</sub><sup>+</sup>、



(但し、式中Mは水素原子、アルカリ金属、アンモニウムまたは有機アンモニウムを表わし、Rは炭素原子数1~12のアルキル基、置換基を有してもよいフェニル基または置換基を有してもよいナフチル基を表わす。)

【請求項3】 3-メチル-1, 3-ブタンジオールの含有量が、水性黒色顔料インク全量に対して1~30重

量%である請求項1または2に記載の水性黒色顔料インク。

【請求項4】 該水性顔料インクがインクジェット記録用である請求項1～請求項3のいずれか1項に記載の水性黒色顔料インク。

【請求項5】 インクにエネルギーを与えて、該インクを飛翔させて記録材上に記録を行うインクジェット記録方法において、該インクが請求項4に記載の水性黒色顔料インクであることを特徴とするインクジェット記録方法。

【請求項6】 前記エネルギーが熱エネルギーである、請求項5に記載のインクジェット記録方法。

【請求項7】 前記エネルギーが力学的エネルギーである、請求項5に記載のインクジェット記録方法。

【請求項8】 少なくともインクを収容したインク収容部と、該インクを吐出させるためのヘッド部を具備する記録ユニットにおいて、該インクが請求項4に記載の水性黒色顔料インクであることを特徴とする記録ユニット。

【請求項9】 インクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジにおいて、該インクが請求項1～請求項4のいずれか1項に記載の水性黒色顔料インクであることを特徴とするインクカートリッジ。

【請求項10】 少なくともインクを収容したインク収容部と、該インクを熱エネルギーの作用により吐出させるためのヘッド部とを有する記録ユニットを具備するインクジェット記録装置において、該インクが請求項4に記載の水性黒色顔料インクであることを特徴とするインクジェット記録装置。

【請求項11】 少なくともインクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジと、該インクを熱エネルギーの作用により吐出させるための記録ヘッドとを具備するインクジェット記録装置において、上記インクが請求項4に記載の水性黒色顔料インクであることを特徴とするインクジェット記録装置。

【請求項12】 インクカートリッジに収容したインクを記録ヘッド部に対して供給するインク供給部を有する請求項11に記載のインクジェット記録装置。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正内容】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、水性黒色顔料インク、更に詳しくはインクジェット記録に適したカーボンブラックを色材として用いた水性黒色顔料インク、該インクを用いたインクジェット記録方法、記録ユニット、インクカートリッジ及びインクジェット記録装置に関する。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0005

【補正方法】変更

【補正内容】

【0005】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明の目的は、上記したような従来の問題を解決し、特にインクジェット記録に用いた場合に印字休止後の吐出安定性（以後、間欠吐出安定性と呼ぶ場合がある）に優れた水性黒色顔料インク、かかる水性黒色顔料を用いたインクジェット記録方法、記録ユニット、インクカートリッジ及びインクジェット記録装置を提供することにある。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正内容】

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の水性黒色顔料インクは、カーボンブラックの表面に少なくとも1種の親水性基が直接もしくは他の原子団を介して結合された自己分散型カーボンブラックからなる色材と、3-メチル-1, 3-ブタンジオールと水とを含有することを特徴とする。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正内容】

【0007】本発明のインクジェット記録方法は、インクにエネルギーを与えて、該インクを飛翔させて記録材上に記録を行うインクジェット記録方法において、該インクがインクジェット記録用の上記水性黒色顔料インクであることを特徴とする。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正内容】

【0008】本発明の記録ユニットは、少なくともインクを収容したインク収容部と、該インクを吐出させるためのヘッド部を具備する記録ユニットにおいて、該インクがインクジェット記録用の上記水性黒色顔料インクであることを特徴とする。本発明のインクカートリッジは、インクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジにおいて、該インクが上記水性黒色顔料インクであることを特徴とする。本発明のインクジェット記録装置は、少なくともインクを収容したインク収容部と、該インクを熱エネルギーの作用により吐出させるための

ヘッド部を有する記録ユニットを具備するインクジェット記録装置において、該インクがインクジェット記録用の上記本発明の水性黒色顔料インクであるか、または、少なくともインクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジと、該インクを熱エネルギーの作用により吐出させるための記録ヘッドとを具備するインクジェット記録装置において、該インクがインクジェット記録用の上記本発明の水性黒色顔料インクであることを特徴とする。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正内容】

【0019】本発明の黒色顔料インクは、上記した色材として用いる自己分散型カーボンブラックとともに3-メチルー1, 3-ブタンジオールが含有されていることを特徴とする。本発明者が、自己分散型カーボンブラックを含有した水性黒色顔料インクの間欠性吐出安定性を向上させるべく鋭意研究した結果、3-メチルー1, 3-ブタンジオールを使用すれば、間欠吐出安定性が格段に向上させることができることがわかった。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

\*

・顔料分散液1	30部
・3-メチルー1, 3-ブタンジオール	10部
・水	60部

参考例1、実施例2～3、参考例2及び実施例4

下記に示す各成分を混合し、充分攪拌して溶解させた後、ポアサイズ3.0 $\mu$ mのミクロフィルタ（富士写真フイルム（株）製）にて加圧濾過して参考例1、実施例2～3、参考例2のインクを夫々調整した。

【手続補正13】

※

参考例1のインク組成

・顔料分散液1	30部
・2, 2-ジメチルー1, 3-プロパンジオール	10部
・水	60部

実施例2のインク組成

・顔料分散液1	30部
・3-メチルー1, 3-ブタンジオール	10部
・チオジグリコール	5部
・イソプロピルアルコール	3部
・水	52部

実施例3のインク組成

・顔料分散液1	30部
・3-メチルー1, 3-ブタンジオール	7部
・グリセリン	7部
・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 (商品名: アセチレノールEH, 川研ファインケミカル製)	0.15部

—補 3—

\*【補正方法】削除

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正内容】

【0021】3-メチルー1, 3-ブタンジオールの含有量としては、水性黒色顔料インク全量に対して、好ましくは1～30重量%、より好ましくは1～15重量%の範囲とする。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0023

【補正方法】変更

【補正内容】

【0023】本発明の水性黒色顔料インクは上記したような自己分散型カーボンブラックと3-メチルー1, 3-ブタンジオール及び水を含有していればよいが、その他に、水溶性有機溶剤を含有してもよい。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0054

【補正方法】変更

【補正内容】

【0054】

※【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0055

【補正方法】変更

【補正内容】

【0055】

・水 55.85部

#### 参考例2のインク組成

・顔料分散液1 30部  
 ・2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオール 5部  
 ・ジエチレングリコール 5部  
 ・グリセリン 5部  
 ・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物  
 (商品名: アセチレノールEH, 川研ファインケミカル製) 0.15部  
 ・水 54.85部

#### 実施例4

(顔料分散液2の作製) 表面積が $230\text{m}^2/\text{g}$ でDBP吸油量が $70\text{m}^2/\text{g}$ のカーボンブラック10gと、3-アミノ-N-エチルピリジニウムブロマイド3.06gとを水72gによく混合した後、これに硝酸1.62gを滴下して70℃で攪拌した。数分後、5gの水に1.07gの亜硝酸ナトリウムを溶かした溶液を加え、更に1時間攪拌した。得られたスラリーを東洋濾紙No. 2 (アドバンティス社製) で濾過して、顔料粒子を十分に水洗した。この顔料ウェットケーキを、水3,000mlに再分散して、電導度 $0.2\mu\text{s}$ まで逆浸透膜で脱塩した。更に、この顔料分散液を顔料濃度10重量%に濃縮した。以上の方法により、カーボンブラックの表面に下記の親水性基が結合されたカチオン性の自己分散型カーボンブラックが分散された顔料分散液2を得た。

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0056

\*

・顔料分散液2 30部  
 ・3-メチル-1, 3-ブタンジオール 10部  
 ・水 60部

#### 参考例3、実施例5～6及び参考例4

下記に示す各成分を混合し、充分攪拌して溶解させた後、ポアサイズ $3.0\mu\text{m}$ のマイクロフィルター (富士写真フイルム (株) 製) にて加圧濾過して参考例3、実施例5～6及び参考例4のインクを夫々調整した。

【手続補正16】

※

#### 参考例3のインク組成

・顔料分散液2 30部  
 ・2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオール 10部  
 ・水 60部

#### 実施例5のインク組成

・顔料分散液2 30部  
 ・3-メチル-1, 3-ブタンジオール 10部  
 ・ジエチレングリコール 5部  
 ・イソプロピルアルコール 3部  
 ・水 52部

#### 実施例6のインク組成

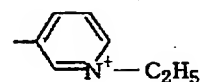
・顔料分散液2 30部  
 ・3-メチル-1, 3-ブタンジオール 7部

\* 【補正方法】変更

【補正内容】

【0056】

【化7】



#### 実施例4のインク作成

以下の成分を混合し、充分攪拌して溶解させた後、ポアサイズ $3.0\mu\text{m}$ のマイクロフィルター (富士写真フイルム (株) 製) にて加圧濾過してインク6を調整した。

【手続補正15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0057

【補正方法】変更

【補正内容】

【0057】

※ 【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0058

【補正方法】変更

【補正内容】

【0058】



・グリセリン	7 部
・アセチレングリコールエチレンオキシド付加物 (商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製)	0. 1 5 部
・水	5 5. 8 5 部

参考例 4 のインク組成

・顔料分散液 2	3 0 部
・2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオール	5 部
・ジエチレングリコール	5 部
・グリセリン	5 部
・アセチレングリコールエチレンオキシド付加物 (商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製)	0. 1 5 部
・水	5 4. 8 5 部

比較例 1 ~ 8

下記に示す各成分を混合し、充分攪拌して溶解させた後、ポアサイズ 3. 0  $\mu$ m のマイクロフィルター (富士写真フイルム (株) 製) にて加圧濾過して比較例 1 ~ 8 のインクを夫々調整した。

【手続補正 1 7】

\* 【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 5 9

【補正方法】変更

【補正内容】

【0 0 5 9】

\*

比較例 1 のインク組成

・顔料分散液 1	3 0 部
・水	7 0 部

比較例 2 のインク組成

・顔料分散液 1	3 0 部
・チオジグリコール	5 部
・イソプロピルアルコール	3 部
・水	6 2 部

比較例 3 のインク組成

・顔料分散液 1	3 0 部
・グリセリン	7 部
・アセチレングリコールエチレンオキシド付加物 (商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製)	0. 1 5 部
・水	6 2. 8 5 部

比較例 4 のインク組成

・顔料分散液 1	3 0 部
・ジエチレングリコール	5 部
・グリセリン	5 部
・アセチレングリコールエチレンオキシド付加物 (商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製)	0. 1 5 部
・水	5 9. 8 5 部

比較例 5 のインク組成

・顔料分散液 2	3 0 部
・水	7 0 部

比較例 6 のインク組成

・顔料分散液 2	3 0 部
・ジエチレングリコール	5 部
・イソプロピルアルコール	3 部
・水	6 2 部

比較例 7 のインク組成

・顔料分散液 2	3 0 部
・グリセリン	7 部

- ・アセチレングリコールエチレンオキシド付加物  
(商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製) 0. 1 5 部
- ・水 6 2. 8 5 部

**比較例 8 のインク組成**

- ・顔料分散液 2 3 0 部
- ・ジエチレングリコール 5 部
- ・グリセリン 5 部
- ・アセチレングリコールエチレンオキシド付加物  
(商品名: アセチレノール E H, 川研ファインケミカル製) 0. 1 5 部
- ・水 5 9. 8 5 部

【評価】上記の実施例 1 ～ 6、参考例 1 ～ 4 及び比較例 1 ～ 8 のインクを用いて、記録信号に応じた熱エネルギーをインクに付与することによりインクを吐出させるオンデマンド型マルチ記録ヘッドを有するインクジェット記録装置 B J C - 4 2 0 0 (キヤノン (株) 製) を用いて下記の評価を行った。その結果を表 1 に示す。・間欠吐出の安定性

① 1 0 秒間連続吐出 → ② 一定時間休止 → ③ 連続吐出  
上記の間欠動作を行った場合、③の最初の吐出で吐出方向の乱れが発生するか否かは②の休止時間で決まるので、この時間を段階的に変えることにより間欠吐出の安定性を測定し、以下の基準で評価した。なお、評価は環境温度 5℃、湿度 10% で行った。

【手続補正 1 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 6 3

【補正方法】変更

【補正内容】

【0 0 6 3】

【表 1】

表 1: 評価結果

	間欠吐出の安定性
実施例 1	○
参考例 1	○
実施例 2	○
実施例 3	◎
参考例 2	◎
実施例 4	○
参考例 3	○
実施例 5	○
実施例 6	◎
参考例 4	◎
比較例 1	×
比較例 2	×
比較例 3	×
比較例 4	×
比較例 5	×
比較例 6	×
比較例 7	×
比較例 8	×